

⑫ 公開特許公報(A) 平3-115186

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>

C 30 B 15/00  
27/02  
29/42

識別記号

Z

庁内整理番号

8618-4G  
8618-4G  
7158-4G

⑭ 公開 平成3年(1991)5月16日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 GaAs単結晶の製造方法

⑯ 特 願 平1-256457

⑰ 出 願 平1(1989)9月29日

⑱ 発 明 者 澤 田 真 一 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株式会社大阪製作所内

⑲ 発 明 者 龍 見 雅 美 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株式会社大阪製作所内

⑳ 出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

\r\n㉑ 代 理 人 弁理士 青木 秀 實

明 細 書

1. 発明の名称

GaAs単結晶の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) As高気を満した高温成長室内にGaAs原料融液を収容したるつばを配置し、上軸に種結晶を取り付け、GaAs原料融液より単結晶を引き上げるGaAs単結晶の製造において、前記るつばに収容するGaAs原料の組成比を、

$$0.45 \leq \frac{As}{Ga+As} \leq 0.48$$

とし、かつ、軸方向の温度勾配を50℃/cm以下としたことを特徴とするGaAs単結晶の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明はGaAs単結晶をテトラルスキー法で製造する方法に関するものである。

〔従来の技術〕

従来のGaAs単結晶製造方法を示すものとして「App. Phys. Lett. 40(9)1. May 1982. 799頁以下」に

示される液体封止引上げ法(以下LEC法という)によるGaAs単結晶の育成方法がある。

そして特公開59-13480号公報に示されるように、Asガスが封入された石英容器中にGaAs融液の入ったるつばを入れ、ここからLEC法によってGaAs単結晶を育成する方法及び装置が示され、また特開昭60-11288号にも同様の構成のものが示されている。

この、いわゆる二重融液シール法によれば、低位の少ない結晶、例えば転位密度(EPD)は3000～5000のものを得ることができる。

〔発明が解決しようとする課題〕

従来のLEC法によると、投入原料の組成比が $0.48 \leq \frac{As}{Ga+As} \leq 0.51$ の範囲の原料を使用

して育成していたため、育成後の結晶にはAsの析出部が多く、(析出数は約 $2-5 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ )、特にMBE法(分子線エビタキシー法)などによってGaAsウエハにGaAsやAlGaAsなどをエビタキシャル成長させた時に、As析出が表面欠陥となって

現われ、エピタキシャル層の品質を低下させていた。

As析出は転位に付着して存在するので、転位を減らせば、As析出を少なくできるはずであるが、二重融液シール法によって転位の少ない結晶を育成し、転位を減らしても、却って低温度勾配下での育成となるために、その分Asの析出が発生しやすくなり、結局、As析出数は $1 \sim 2 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ 程度となって品質を上げることができなかった。

#### 【発明の構成】

本発明はAs蒸気が満たされた気密容器内で、GaAs融液に種結晶をつけて引き上げるチョクラスキー法において、投入GaAs原料の組成を $0.45 \leq$

$$\frac{\text{As}}{\text{Ga} + \text{As}} \leq 0.48 \text{ とし、かつ、GaAs融液表面に}$$

おける垂直方向の温度勾配が $50^\circ\text{C}/\text{cm}$ 以下となるようにヒーター加熱及び炉材構造を配することによって育成される単結晶の向上をはかるものである。

GaAs融液上に液体封止剤があってもなくてもよ

る。

1は金属製の圧力容器で、2は石英製、又はBB製のるつば、3はPBBをコーティングされたカーボン製のサセプタ、4は上下でき、回転できる下軸、5はGaAsの融液、6はるつば加熱用ヒータ、7は石英管よりなる成長室、8は上下でき、回転できる上軸、9は溶解時上軸8及びサセプタ3を封止する酸化ほう素シール、10は育成結晶、11はのぞき窓を示し、12は酸化ほう素の加熱用ヒータを示し、14はGaAsの種結晶を示し、15は不活性ガス導入系、16は排気系を示す。

圧力容器1に図のように、上軸8を圧力容器1、成長室7に貫通させ、圧力容器1、成長室7の内部を排気系16により排気し、不活性ガス導入系15より不活性ガスを導入し、加熱用ヒータ12により酸化ほう素9の封止剤を溶融して、上軸8に対するシールを形成し、るつば加熱用ヒータ8をオンしてサセプタの酸化ほう素等を溶融してシールを形成するとともに、るつば2を加熱する。これにより酸化ほう素9、GaAs原料も融液状態と

い。

#### 【作用】

本発明の方法によれば、低温度勾配( $50^\circ\text{C}/\text{cm}$ 以下)をとっているのので、結晶中に発生する、転位密度が少なく( $\text{EPD} < 3000 \sim 5000$ )、かつ、組成がGaリッチにずれているため、転位に固着して生ずるAsの析出を抑制することができる。そしてこの低温度勾配下において、As析出数を $5 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$ 以下にすることができる組成比は

$$\frac{\text{As}}{\text{As} + \text{Ga}} \leq 0.48 \text{ であることが分った。}$$

しかし、 $\frac{\text{As}}{\text{As} + \text{As}_0} < 0.45$ となると、単結晶歩留が0.2以下と極端に悪くなることが分っているのので、結局、組成の最適値として、 $0.45 \leq$

$$\frac{\text{As}}{\text{As} + \text{Ga}} \leq 0.48 \text{ の範囲で適用する。}$$

第1図に本発明の製造方法において用いられる単結晶の成長装置の概略を示す。なお図は封止剤、GaAs原料の加熱による融液の状態を示して

なる。あらかじめ、Asを若干成長室7の内部に入れ、加熱により成長室7の内部はAs蒸気を満たした高温成長室となる。この状態で、上軸8の先端に取付けた種結晶14の端面をGaAs原料融液5に接触させ引き上げを開始する。このときGaAs原料融液の表面における軸方向の温度勾配は $50^\circ\text{C}/\text{cm}$ 以下とする。

#### 【実施例】

$$\frac{\text{As}}{\text{Ga} + \text{As}} = 0.47 \text{ とした Ga と As を 直接 合成し}$$

て1.2kgの原料融液とし、石英製の気密容器中で、るつば融液面よりの垂直方向温度勾配を約 $30^\circ\text{C}/\text{cm}$ として、二重融液シール法により、るつば回転の状態の状態で、回転引上軸に種結晶を付け、結晶育成を行なった。るつばは2インチ径の石英るつばで、封止剤としては $\text{B}_2\text{O}_3$ を使用した。

育成されたGaAs結晶は直径50mmで、FPDと $2000 \sim 5000 \text{ cm}^{-2}$ と低く、As析出数に対応するABエッチング度によるABピットは $2000 \sim 3000 \text{ cm}^{-2}$ と非常に少なかった。

## 【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、非常にAs析出数の少ないGaAs結晶ウェハーを製造することができるので、MBE法などにおけるエピタキシャル成長層でAs析出のため出現する欠陥数を非常に少なくすることができた。

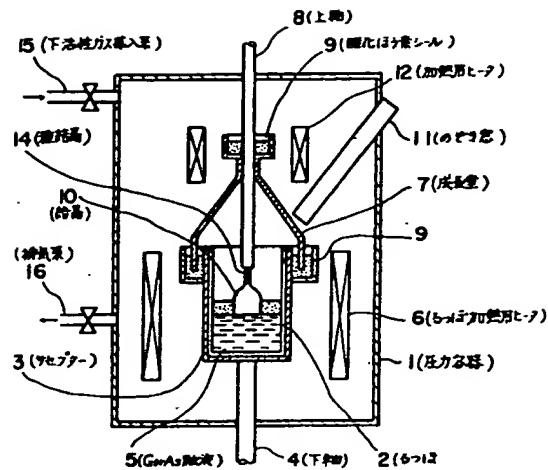
従って、MBEやMOCVDなどのエピタキシャル用としての高品質な基板結晶を製造することができる。

## 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明を実施する装置の概略図を示す。

1…圧力容器、2…るつば、3…サセプタ、4…下軸、5…GaAs融液、6…るつば加熱用ヒータ、7…成長室、8…上軸、9…酸化ほう素(シール材)、10…結晶、11…のぞき窓、12…加熱用ヒータ、14…種結晶、15…不活性ガス導入系、16…排気系。

第1図



代理人 弁理士 青木秀実